

有机锡化合物的毛细管 GC-FPD 分析

三丁锡(TBT), 三苯锡(TPT)广泛应用于船舶、鱼网的防污涂料, 有可能造成海水、鱼贝类的污染而影响人类的健康。而且, 怀疑其具有内分泌干扰作用, 为此对它们的分析倍受瞩目。

关于烷基化的有机锡化合物的分析, 在应用新闻 M182『TBT、TPT 的 GCMS 分析』中作了介绍。本文介绍使用毛细管 GC-FPD 进行的 TBT、TPT 的分析例。

按应用文集 M182 所述, 在烷基化试样中, 混合有氘标记化有机锡化合物(d 标记物)。

有机锡化合物的定量可采用绝对工作曲线法也可采用内标法。绝对工作曲线法是非常简便的定量法, 但与内标法相比, 定量精度稍差。内标法则是高定量精度的定量法, 但选择内标物、添加内标物所需工时多, 操作复杂。在未指定定量方法时, 根据是侧重于定量精度还是操作简便性来选择定量方法。

有机锡化合物和 d 标记物可在色谱图上分离。但由于洗脱位置接近测定目标化合物, 因柱劣化等原因造成两者不完全分离时, 会产生定量误差。d 标记物与测定目标化合物在物理化学性质上极为类似, 对于可取得质量数信息的 GCMS 来说是极优的内标物质。但在色谱图上需要与其它成分的峰充分分离的内标物, 则常使用四丁锡(TeBT)和三戊锡(TPeT)。

图 1 表示有机锡化合物提取法的一例。图 2 表示有机锡化合物标准溶液(各 1mg/L)的色谱图。TeBT、TPeT 为峰 No. 6、8, 与其它的峰已充分分离。图 3、4 是 TBT、TPT 的工作曲线(内标法, IS: TPeT)。

图 5 是有机锡化合物标准溶液(各 1mg/L)的色谱图。图 6、7 是 TBT、TPT 的工作曲线(绝对工作曲线法)。图 8 是鲑鱼提取液(在最终试样溶液 2mL 中添加 0.2 μ g~0.4 μ g 标准试样)的色谱图。

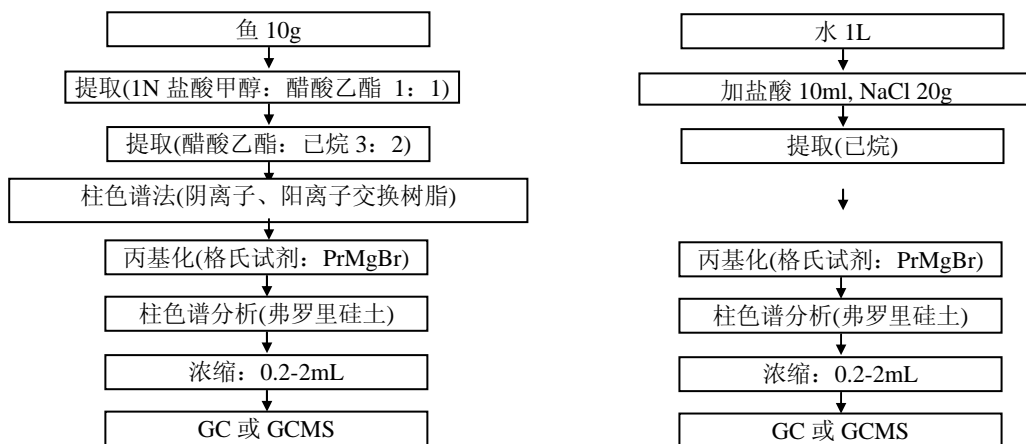


图 1 有机锡化合物的提取法实例

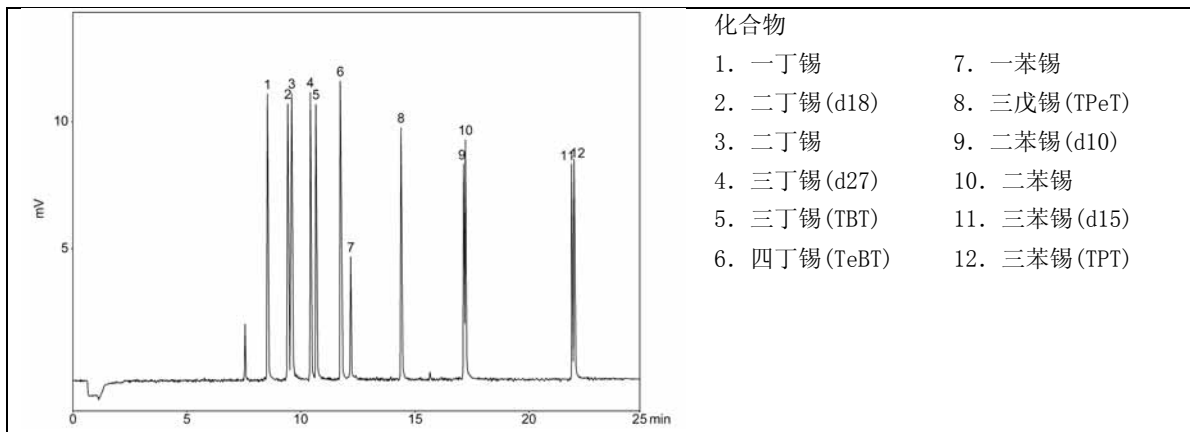


图 2 标准溶液的色谱图(1 mg/L)

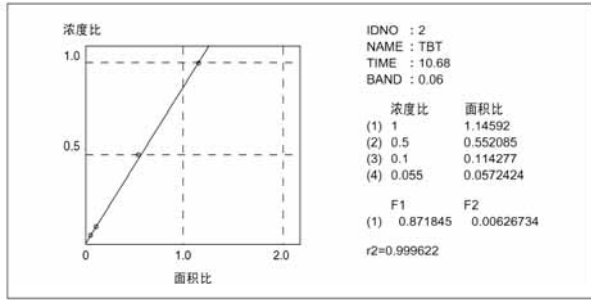


图 3 TBT 的工作曲线(内标法 IS: TPeT)

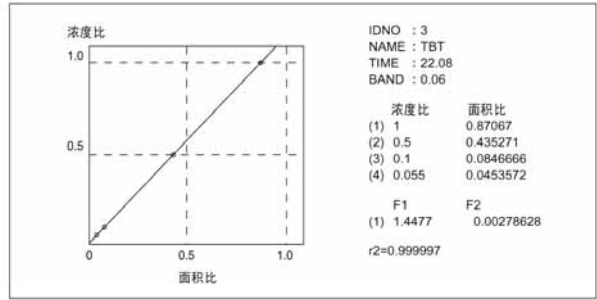


图 4 TPT 的工作曲线(内标法 IS: TPeT)

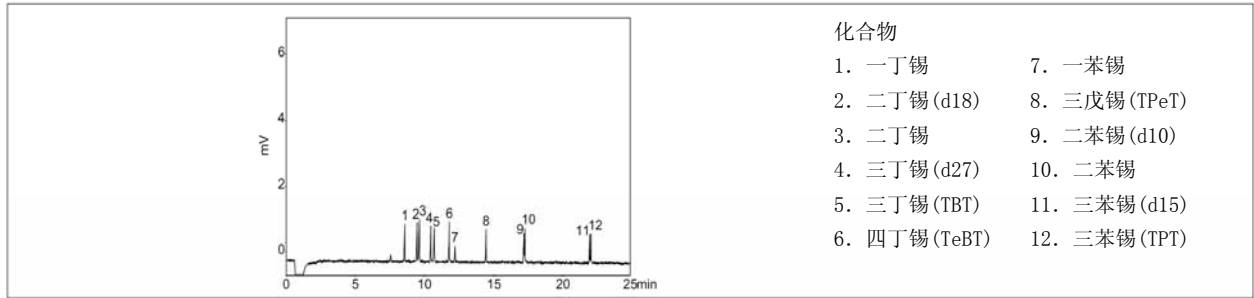


图 5 标准溶液的色谱图(0.1 mg/l)

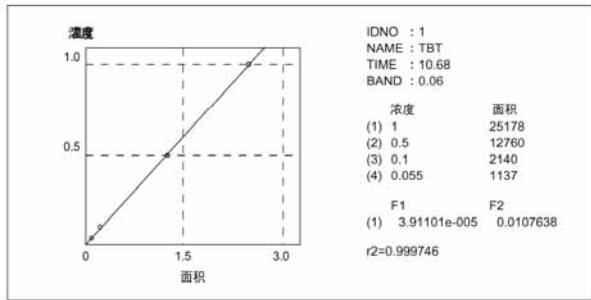


图 6 TBT 的工作曲线(绝对工作曲线法)

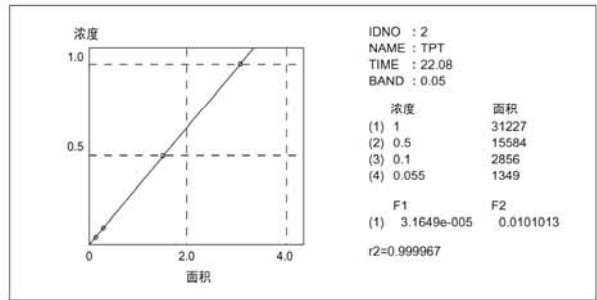


图 7 TPT 的工作曲线(绝对工作曲线法)

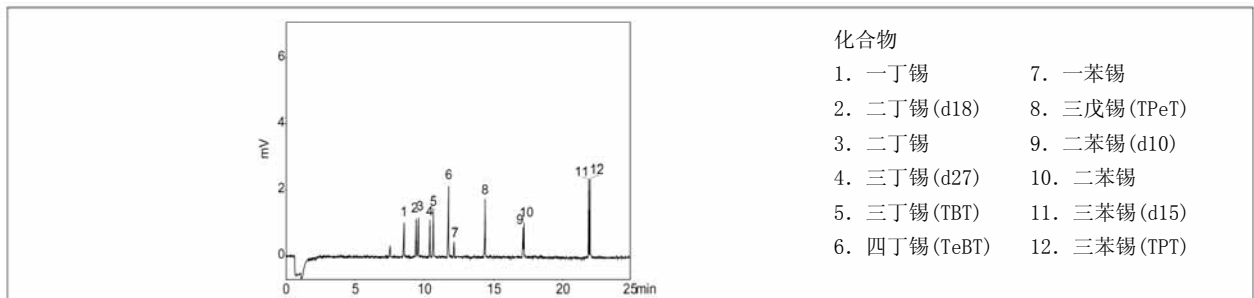


图 8 鱼(鲑鱼)提取液的色谱图(在最终溶液 2mL 中添加标准品 0.2~0.4μg)

参考文献

日本卫生试验法、注解 1990 附，追补(1995)：日本药学会编 金原出版社（株）1995
 外因性内分泌干扰化学物质调查暂定手册(水质、底质、水生生物)：环境厅水质保全局水质管理课 (1998 年 10 月)。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GC-17AAFw ver.3, FPD-17c, AOC-20i	Inj.Temp.	: 290°C
Column	: DB5 30m×0.25mm.i.d. df=0.25μm	Det.Temp.	: 300°C
Column Temp	: 60°C (1min) -20°C/min-140°C-7°C/min-280°C (5min)	Injection Method	: High Pressure Splitless (1min)
Carrier Gas	: He, 350kPa (1min) -150kPa (2.4ml/min)	Injection Volume	: 3μl
Det.	: FPD-17c (Sn Filter)		